

Abstract of CN1365254A

A process is provided for preparing a downstream processable ammonium glyphosate paste, comprising mixing in a suitable vessel (i) particulate glyphosate acid, (ii) ammonia in an amount of about 0.8 to about 1.25 moles per mole of the glyphosate acid, and (iii) water in an amount of about 10 % to about 25 % by weight of all materials being mixed in the vessel, thereby causing a reaction of the glyphosate acid and ammonia that generates heat causing partial evaporation of the water, and forms an ammonium glyphosate paste having a moisture content of about 5 % to about 20 % by weight. A process is also provided for preparing a dry granular herbicidal composition, comprising (a) forming an ammonium glyphosate paste as described above and thereafter, if the moisture content of the paste is greater than about 15 % by weight, applying heat and/or vacuum to reduce the moisture content to about 5 % to about 15 % by weight; (b) thereafter adding to the paste, with mixing, one or more surfactants in a weight ratio of total surfactant to ammonium glyphosate of about 1:9 to about 1:3 to form an extrudable wet mix; (c) extruding the wet mix to form extrudate strands that break to form moist coherent granules; and (d) drying the granules to produce the dry granular composition.

Abstract of CN1365255A

A process is provided for preparing ammonium glyphosate flakes, comprising (a) mixing (i) solid particulate glyphosate acid, (ii) water in an amount of about 0.5 to about 3 parts by weight per part by weight of glyphosate acid, and (iii) a base that supplies ammonium cations, in an amount of about 0.8 to about 1.25 mole equivalents of ammonia per mole of glyphosate acid, to form an aqueous reaction medium; (b) allowing the glyphosate acid to react with the base in the reaction medium to form a reaction product comprising a concentrated aqueous solution of ammonium glyphosate; (c) drying the reaction product by contact thereof with a heated surface to form, primarily by evaporation of water, a solid deposit on the heated surface; and (d) scraping the solid deposit off the heated surface to recover dry flakes of ammonium glyphosate.

Abstract of CN1068008C

Solid N-phosphonomethylglycine or glyphosate acid in "wet cake" form is charged to a suitable mixer/reactor. A stoichiometric equivalent of anhydrous ammonia gas is fed to the mixer for direct reaction with glyphosate acid as it is agitated within the mixer. A water jacket containing circulating water or other suitable heat transfer facilitating means readily known to those in the art is adapted to the mixer

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

A01N 57/20

A01N 25/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00811043.3

[43] 公开日 2002 年 8 月 21 日

[11] 公开号 CN 1365255A

[22] 申请日 2000.7.26 [21] 申请号 00811043.3

[30] 优先权

[32] 1999.7.29 [33] US [31] 60/146,261

[86] 国际申请 PCT/US00/20337 2000.7.26

[87] 国际公布 WO01/08491 英 2001.2.8

[85] 进入国家阶段日期 2002.1.29

[71] 申请人 孟山都技术有限公司

地址 美国密苏里州

[72] 发明人 R·M·克拉默

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 张元忠 姜建成

权利要求书 1 页 说明书 15 页 附图页数 1 页

[54] 发明名称 制备草昔膦铵薄片的方法

[57] 摘要

提供了一种制备草昔膦铵薄片的方法，其包括：(a) 混合(i)草昔膦酸固体颗粒，(ii)每重量份草昔膦酸约0.5-3重量份的水，和(iii)提供铵阳离子的碱，用量为每摩尔草昔膦酸约0.8-1.25摩尔当量氨，以形成水反应介质；(b)在水反应介质中使草昔膦酸与碱反应，形成包含草昔膦铵的浓水溶液的反应产物；(c)干燥该反应产物，通过将其与一个加热表面相接触，主要通过水的蒸发在加热表面上形成固体沉淀；和(d)将固体沉淀从加热表面刮下，回收草昔膦铵的干态薄片。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权 利 要 求 书

1. 一种制备草昔膦铵薄片的方法，其包括：

5 (a) 混合 (i) 草昔膦酸固体颗粒，(ii) 每重量份草昔膦酸约 0.5-3 重量份的水，和 (iii) 提供铵阳离子的碱，用量为每摩尔草昔膦酸约 0.8-1.25 摩尔当量氯，以形成水反应介质；

(b) 在水反应介质中使该草昔膦酸与该碱反应，形成包含草昔膦铵的浓水溶液的反应产物；

(c) 干燥该反应产物，通过将其与一个加热表面相接触，主要通过水的蒸发在该加热表面上形成固体沉淀进行；和

10 (d) 将该固体沉淀从该加热表面刮下，回收草昔膦铵的干态薄片。

2. 权利要求 1 的方法，其中在步骤 (a) 中混合的顺序为在搅拌下混合草昔膦酸和水形成料浆，然后在连续搅拌下向该料浆中加入提供铵阳离子的碱。

15 3. 权利要求 1 的方法，其中提供铵阳离子的碱是无水氯或氯水。

4. 权利要求 1 的方法，其中干燥步骤如下进行，以适当的速度将反应产物加入到两个平行的相对旋转的内部加热圆柱的收敛表面上，这两柱之间有一个约 2-10mm 的间隙以使水蒸发并在该柱表面形成固体沉淀；其中刮除步骤通过与柱旋转方向相反的固定刮刀移除薄片状的沉淀。

20 5. 权利要求 4 的方法，其中干燥和刮除步骤是用转鼓式干燥器进行。

6. 由权利要求 1 的方法制备的草昔膦铵薄片。

说 明 书

制备草昔膦铵薄片的方法

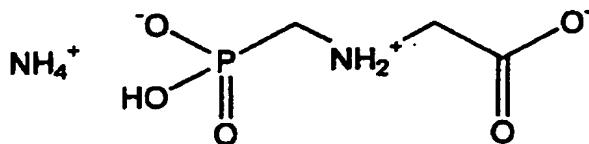
发明领域

5 本发明涉及制备一种除草剂组合物的方法，该除草剂组合物用于农田或其它需要控制野草及其它草本植物生长的地方。具体地说，它涉及制备一种称为 N-膦酰基甲甘氨酸（草昔膦）的除草活性成分，该除草活性成分以其铵盐的形式存在，作为成品或用于进一步加工的中间体。

10

发明背景

草昔膦除草剂，特别是含有水溶性草昔膦盐的除草剂是公知的。特别地，例如在授予 Franz 的美国专利 No. 4,405,531 中公开的草昔膦单铵盐是一种有效的除草剂。除非在上下文中指明，否则“草昔膦铵”在这里指的是草昔膦的单铵盐，其化学式为：



应理解为铵阳离子和草昔膦阴离子的摩尔比在这个盐中不必精确等于 1。或者铵阳离子或者草昔膦阴离子的摩尔数稍微超出，例如摩尔比为约 0.8-1.25，与这里使用的“草昔膦铵”并非不一致。

20 草昔膦铵在制备干态的草昔膦制剂时是首选的盐。这里“干态的”制剂是指固态的组合物，通常为颗粒，其中颗粒或者聚结为粒状组合物或者未聚结而以粉末形式存在。在上下文中，词语“干态的”并不是指制剂必须无水或没有其它液体，仅指摸起来是干燥的。干态制剂中可含高达约 5 重量% 的水，但更典型的是含水量低于约 1%，例如约 0.5% 或更低。

25 草昔膦除草剂的干态制剂，和相应的液态（通常为水溶液）制剂一样，一般包含一种或多种加入到草昔膦盐中的表面活性剂。表面活性剂是草昔膦制剂的重要成分，这是因为当草昔膦制剂被稀释、溶解

和分散在水中用于通过喷施在植物叶面应用时，表面活性剂有助于使所喷洒的液滴留在叶子上，并粘附在叶子的表面，并使草甘膦渗透穿过覆盖在叶表面的疏水性表皮，通过这些方法和其它可能方法增强了草甘膦喷剂的除草效果。

但是，表面活性剂不是草甘膦制剂的必要成分。最终用户可以将不含表面活性剂的草甘膦制剂与表面活性剂一起加入喷雾器中，这是一种称为容器混合的步骤。在某些情况下，草甘膦除草剂可以在没有任何表面活性剂的情况下成功地应用。尤其是在草甘膦的剂量比相当高的情况下这是特别正确的，例如高于约 1Kg 酸当量(a. e.)/公顷 (ha)。

草甘膦铵是制备干态草甘膦制剂的优选盐，这有许多原因，但是可能主要是由于草甘膦铵是相对不吸湿的。适于制备水性制剂的盐，如异丙铵盐或三甲基锍盐非常难于干燥成晶态，并且一旦干燥以后，非常容易重新吸湿。以铵盐为基础的干态草甘膦制剂公开在授予 Kuchikata 等人的美国专利 No. 5,656,572 中。

发现钠盐在制备干态草甘膦除草剂中是有用的，例如在国际专利申请书 No. WO 87/04595 中所公开的，它与这些盐相比有非常小的吸湿性，虽然如此仍需要用不透水性非常好的物质包装以避免从空气中吸收水蒸汽从而失去自由流动性。授予 Moreno 等人的美国专利 No. 5,324,708 公开了一种制备不吸湿的草甘膦单铵盐的方法；然而，用任何已知的方法制备的干态草甘膦铵盐对于大多数实际应用来说，不吸湿性是足够的。

授予 Champion & Harwell 的美国专利 No. 5,266,553 公开了一种用于制备干态水溶性组合物的方法，该组合物含有包含羧酸官能团的除草剂化合物的盐。这个方法包括通过将除草剂化合物在水存在下与中和用的碱反应形成该盐的水溶液或浆状物，然后将水去除，得到干燥的盐。该方法尤其是指取代的苯甲酸除草剂和苯氧基取代的羧酸除草剂，但是据说对草甘膦也是有效的。干燥方法是特定的，控制使除草剂的温度不超过 80°C；优选在真空下干燥，而使用连续薄膜干燥器和刮板式表面换热器据说是不合适的，因为必须延长干燥时间或因为生成了无定形糊状物。

如在例如上述所参考的美国专利 No. 5,656,572 中公开的，草甘

5 脲酸和碳酸氢铵的固态反应生成草昔脲铵颗粒，该草昔脲铵颗粒可直接用作除草剂产品，或成粒例如通过盘成粒作用来制得干态粒状除草剂产品，或进一步用表面活性剂处理。另一选择，草昔脲酸的含水料浆可以与无水氨和氨水（氢氧化铵）反应生成草昔脲铵的浓溶液或料浆。然后如果所需的成品是干态除草剂组合物，则将该溶液或料浆进行干燥。

10 因为无水氨和氨水与碳酸氢铵相比作为铵阳离子的来源成本非常低，因此已经进行了大量的努力来开发草昔脲酸与无水氨或氨水反应的方法，其中仍然生成干态草昔脲铵组合物。授予 Kramer 等人的美国专利 No. 5,614,468 公开了这样一种方法，其中固态草昔脲酸颗粒与氨水反应，并且授予 Gillespie 等人的美国专利 No. 5,633,397 公开了这样一种方法，其中固态草昔脲酸颗粒与无水氨气反应。

15 酸碱反应在水介质中进行，生成草昔脲铵的浓水溶液，这种方法比上述固态反应方法更容易控制。另外，该反应的放热性导致需要散热，这在水介质中几乎没有问题，因为在水介质中确保充分混合非常容易并且因此热交换比可能存在于固态反应方法中的更容易。因此，在本领域中的一个长期需要是开发一种有效的含水料浆方法，用于制备草昔脲铵，其中成品是水溶性干态组合物颗粒。

20 农用化学品如除草剂的干态颗粒组合物一般为粉末或粒状物，例如水溶性粉末或粒状物。粒状物一般是更小的一次颗粒的聚集体，而粉末一般由未聚集的一次颗粒构成。水溶性粉末通常不很受欢迎，因为它们倾向于粉尘化。水溶性粒状物比水溶性粉末优选，但是其具有更小的表面积与体积比，这往往延迟溶解过程，特别是在冷水中。

25 本发明提供了一种用于制备干态草昔脲铵颗粒组合物的方法，该组合物比粉末的粉尘少，但是具有大的表面积与体积比，促进了快速溶解速率，即使是在冷水中。该组合物呈薄片状。

附图简述

图 1 显示了本发明方法的流程图。

30

发明概述

现在提供了一种用于制备草昔脲铵薄片的方法，其包括 (a) 混

合 (i) 固体草昔膦酸颗粒，(ii) 每重量份草昔膦酸约 0.5-3 重量份的水和 (iii) 提供铵阳离子的碱，用量为每摩尔草昔膦酸约 0.8-1.25 摩尔当量氨，以形成水反应介质；(b) 在反应介质中使草昔膦酸与碱反应，形成含有草昔膦铵的浓水溶液的反应产物；(c) 通过将反应产物与一个加热表面相接触使其干燥，主要通过水的蒸发在加热表面上形成固体沉淀；和 (d) 将固体沉淀从加热表面刮下，回收草昔膦铵的干态薄片。

优选步骤 (a) 中混合的顺序为在搅拌下混合固态草昔膦酸颗粒和水形成料浆，然后在连续搅拌下向料浆中加入提供铵阳离子的碱。

优选步骤 (c) 和 (d) 以下列方式完成，以适当的速度将反应产物加入到两个平行的相对旋转的内部加热圆柱体的收敛表面上，这两柱之间有一个约 2-10mm 的间隙以使水蒸发并在柱表面上形成固体沉淀，并通过与柱旋转方向相反的固定刮刀移除片状的沉淀。

发明详述

在本发明优选方法的第一个步骤中，即如上所述的步骤 (a)，1 重量份的固态草昔膦酸颗粒加入到约 0.5-3 重量份的水中并充分搅拌以形成料浆。优选草昔膦酸均匀地分散在料浆中，但是草昔膦酸颗粒块成小的聚集体一般是无害的。用于制备料浆的水和草昔膦酸的相对用量不是严格地限制在上面所指出的范围内。然而，通常希望在下面的步骤 (b) 中生成高浓度的草昔膦铵溶液，例如约 40-60 重量%；这意味着在步骤 (a) 中，在料浆中每 100kg (干重) 草昔膦酸需要约 73-165kg 的水。

可以使用任何级别的草昔膦酸颗粒。已经发现工业级的草昔膦酸，例如含水量为约 8-12% 的湿块状是合适的，但是如果需要，草昔膦酸可以进行预干燥和/或预磨。在这里草昔膦酸或草昔膦酸铵的用量或浓度是特定的时，应理解为除去可能存在的水分但是包括杂质的量或浓度。基于干重，一般工业级草昔膦酸湿块的化验结果为含有约 95% 或更高的草昔膦含量，表明杂质占工业级草昔膦酸少于约 5 重量%。

其它物质可以任选加入或存在于料浆中。例如可以加入少量的亚硫酸钠以抑制亚硝胺的形成。需要搅拌以使料浆均匀并保持；这可以

用任何适当的装置提供。

举例说明，可以将 75kg 水加入容器中，并且在搅拌下将 100kg 含水量为 10% 的草昔膦湿块加入制得料浆，如果需要，可以加入 0.4kg 亚硫酸钠。

5 在本发明相同的优选方法中，随后将提供铵阳离子的碱加入到装有草昔膦酸的料浆罐中以便在步骤 (b) 中发生酸碱反应形成草昔膦铵。可以使用任何能提供铵阳离子的碱，包括碳酸铵和碳酸氢铵。然而，一般优选使用氨水或无水氨。如果使用氨水（即氢氧化铵），由氨水提供的水量进一步稀释了料浆。一般氨水含有约 29 重量% 的氨，并因此可以认为其重量的约 71% 作为水提供。这在计算用于制备草昔磷酸料浆所用水量时，应当作为考虑因素。无水氨可以以液态或气态形式提供。

10 为了方便和清楚起见，虽然混合和反应步骤 (a) 和 (b) 在这里分别描述为独立的步骤，但是在本领域内的技术人员应当认识到在水反应介质中第一部分酸和碱一遇在一起，酸碱反应就开始了。事实上，在完成将碱加入到料浆中时，该反应可能已经基本上完成了。

15 优选氨水或无水氨近似按化学计量加入以生成草昔膦单铵盐。如果每摩尔草昔磷酸加入低于 1 摩尔当量的氨，则部分草昔膦酸将仍然未中和。如果这部分少，例如少于约 20%，导致每摩尔未中和草昔膦酸至少存在约 4 摩尔草昔膦铵，这一般是可以接受的。

20 另一方面，如果每摩尔草昔磷酸加入大于 1 摩尔当量的氨，则部分草昔膦可被认为以二铵盐的形式存在。在这种情况下，随后反应产物的干燥将往往导致氨的挥发。因此加入步骤 (a) 的氨的用量应当保持在每摩尔草昔膦酸小于约 1.25 摩尔当量。然而，优选每摩尔草昔膦酸加入约 0.95-1.05 摩尔当量的氨。

25 氨与草昔膦酸的反应是放热反应。在步骤 (b) 中连续搅拌料浆对提供有效的传热以及确保完全和均衡地反应是重要的。随着草昔膦酸向草昔膦铵的转变，草昔膦在水中变得可溶。因此该反应步骤的产品含有草昔膦铵的浓水溶液。草昔膦铵的“浓”水溶液这里指包含至少约 20 重量% 的草昔膦铵，优选至少约 40%，并且更优选至少约 55%。上限是草昔膦铵在水中的溶解极限，这依赖于温度。

虽然反应产物包含这样的浓水溶液，它也可以包含未溶解的固体

颗粒，在这种情况下反应产物更准确地描述为浆状物。这种未溶解的固体颗粒可以是草昔膦铵或未中和的草昔膦酸。

优选保持反应产物在高温，例如约 65-85°C 下，用于草昔膦铵的最大溶解。

方法的下一步，即上面所述的步骤 (c)，其包括通过将这种反应产物与加热的表面相接触使其干燥，主要通过水的蒸发在加热表面上形成固体沉淀。已经发现除了那些涉及与加热表面相接触以外的其它干燥方法，如急骤干燥和喷雾干燥方法以及它们的改性方法，就生产效率而言产生不满意的结果。

优选加热表面是圆柱形表面如鼓形筒或辊的表面，并且优选提供良好的导热性同时在与步骤 (b) 的反应产物接触时不被腐蚀的金属表面。例如，用不锈钢或涂铬层提供了适用的金属表面。在圆柱形的情况下，优选通过在圆柱体内部的加热源或介质提供热量。已经发现过热蒸汽是一种合适的加热介质。通过调节供给圆柱体的过热蒸汽压力可以控制加热表面的温度。例如可以使用约 250-1000kPa 的压力，但是优选过热蒸汽压力为约 500-900kPa。在此范围内过热蒸汽压力越高，产生的表面温度越高，往往导致更快和更完全的干燥。温度不应当过高，固体沉淀在加热表面上的停留时间也不应当过长，避免使草昔膦热分解，该热分解反应发生在 200-230°C，如由 J. E. Franz 等人在 American Chemical Society Monograph 189, Glyphosate, a Unique Global Herbicide, 1997, 27 和 244 页中所描述的。在干燥步骤中可以预计会有一些氯的挥发，但是加热表面提供的温度不是过高的并且停留时间也不是过长，这种挥发一般是最小限度的并且不会产生问题。

干燥的结果是在加热表面形成固体沉淀。在步骤 (d) 这种固体沉淀通过将该沉淀从表面刮下以片状的形式回收。当干燥步骤有效进行时，薄片的含水量一般低于约 3 重量% 并且优选低于约 1.5%，更优选低于约 1 重量%。如果需要，可以进行薄片的进一步干燥，例如在炉中和/或在真空下。

本领域中的技术人员从上面的描述中将清楚的是，称为转鼓式干燥器或辊筒式干燥器类型的设备能够提供用于本方法步骤 (c) 所需的加热表面。显然，具有加热表面的其它类型设备同样也是合适的。

下面对转鼓式或辊筒式干燥器设备在进行本方法的步骤 (c) 的应用的描述并不能被认为限制本发明只能使用这种设备来进行该方法的这个步骤。转鼓式或辊筒式干燥器描述在例如 Encyclopedia of Chemical Processing and Design, J. J. McKetta 编, 卷 17, Marcel Dekker, Inc. 出版, 1983, 17-19 页中; 在 Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 第 5 版, 卷 B2, VCH 出版, 1988, 4.25-4.27 页中; 和在 Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 第 4 版, 卷 8, John Wiley & Sons 出版, 1993, 512-514 页中。如果需要, 可替代的其它接触式干燥器的设计在这些出版物中有描述。

转鼓式干燥器可以只有一个旋转加热转鼓或更适用于本发明的两个平行的加热转鼓, 它们以相反的方向旋转, 一个顺时针而另一个逆时针。旋转轴一般为水平或非常接近于水平。在操作中平行的加热转鼓表面通过一个非常窄的、一般可调节的间隙彼此分离, 该间隙称为“辊隙”。辊隙的间隙宽度称为“筒间隙”, 一般设置为约 2-10mm, 优选约 3-7mm。优选转鼓的旋转方向使表面在辊隙上方收敛, 由此将沉淀在任一或两者表面上的物质进料到辊隙中。

在这种转鼓式干燥器中进行本方法的步骤 (c) 时, 步骤 (b) 的反应产物进料到平行转鼓的收敛表面上。反应产物可以通过喷雾进料, 但是通过使反应产物从一个管子流出进料通常更有效, 管子的顶端象一个摆锤一样在转鼓的收敛表面上方和辊隙上方摆动。控制转鼓的旋转速度和表面的温度, 以使在反应产物中的大部分水在辊隙上方蒸发。进一步的干燥发生在辊隙中及其下方, 获得一层薄的、或多或少连续的固态沉淀, 该沉淀粘附在两个转鼓的表面上。已经发现当在辊隙上方的干燥在辊隙中获得一个厚的磨碎的聚集体时, 该方法的操作是最有效的。

在一个典型的转鼓式干燥器中, 一个固定刮刀的刀刃与每个转鼓的轴平行放置, 刀刃的刮边与转鼓的表面相接触。刀刃的角度设置成使刮边指向与转鼓表面的旋转运动相反。在转鼓表面向着刀刃的刮边运动时, 转鼓表面上的任何固体沉淀就从该表面被刮下并落下或被送到贮料斗或其它收集容器中。在刮的过程固体物质破碎成小薄片。

刮刀刀刃相对于转鼓的辊隙的精确定位不是至关重要的, 但是一

般要求固体沉淀与转鼓的加热表面有相当长时间的接触以便最大限度地干燥，并且由于这个原因对于每一个转鼓的刮刀刀刃适当放置在与辊隙大约与直径相反的位置，即在转鼓旋转方向上与辊隙呈约 180° 的地方，或者稍微高于这个位置。一般放置在与辊隙呈约 180°-220° 的地方，例如约 200°。

通过这里提供的方法制备的草昔膦铵薄片与先前描述的干态草昔膦铵组合物相比具有很多优点。薄片容易破碎形成更小的薄片但是相对不会粉尘化。在水中薄片迅速并完全地溶解，形成适合施用于植物作为除草剂的溶液。实用的和用作说明的是，将约 1-100g，更典型的是约 2-20g 草昔膦铵薄片溶解在 1 升水中，制成施用的溶液。如果需要，表面活性剂和/或其它成分也可加入到该施用溶液中。

本方法的产品特别适合于包装在小包装，如塑料或箔制小袋或水溶性袋子中，例如装入约 10-1000g 薄片。然而，本发明不限于这样包装。如果需要，任何常规的、任何尺寸的包装体系，包括包装盒和桶都可以使用。该产品也可以以大体积的形式装船运输。

该产品也可以用于进一步加工的中间体。例如，薄片可以磨碎制成粉末。该粉末或这些薄片本身可以作为用于成粒加工的原物质，任选加入表面活性剂。

20

实施例

下列提供的实施例仅用于举例说明目的，并不是限制本发明的范围。这些实施例将提供对本发明的更好理解、对其优点的更好的感性认识和使用中的某些变化。

在对用于浓草昔膦铵溶液的干燥方法的评价程序中，试验了下列体系和装置，上述溶液是通过将草甘膦酸与氨水或无水氨反应生产的，呈浆状。

实施例 1

这个对比方法的实施例包括在一个 Pulvocron™ PC-20 气流分级细粉磨 (Hosokawa Bepex Corp., Minneapolis, MN) 中的急骤干燥。

为了模拟草昔膦酸浆料与氨的反应产物，通过在水中溶解草昔膦铵 (工业级, MON 8750, Monsanto 生产) 制备了 56 重量% 的草昔膦

铵溶液。为了确保未溶解固体的分散，在急骤干燥试验前将装有草昔
膦铵溶液的转鼓在鼓式辊上搅拌约 90 分钟。

在单独试验中将液态草昔膦铵溶液通过 Moyno 泵以 63.5-
204kg/h 加料速度进料到 Pulvocron™ PC-20 中。在单独试验中，该
5 液体在 Pulvocron 中与加热至 89-268°C 的气体相遇，气体流量为
23-36m³/分钟。安在 Pulvocron 中的打浆机将液体甩在分段的衬筒上
同时热空气闪蒸掉水分。在单独试验中可以安装打浆机的不同组合。

在所有的试验中，干燥的固体物质在 Pulvocron 的壁和打浆机上
积累，最终将体系堵塞并阻止干燥产品的排出。即使从 Pulvocron
10 中拆除风力分级器以努力改善排出也没有发现有所提高。将已经干燥
的物质与液体进料进行后混合也没有帮助。

实施例 2

此对比方法的实施例包括在一个 Unison™ 喷雾干燥器(Hosokawa
15 Bepex Corp., Minneapolis, MN) 中的干燥。

在先前用装有离心雾化器的常规喷雾干燥器进行的试验中，液体
被喷向喷雾干燥室的壁上，被干燥的物质在这里聚集。

干燥过的物质没有任何排出。相反，Unison™ 喷雾干燥器使用脉
冲燃烧系统来提供雾化液体进料的声波。这种雾化导致液体进料以一
20 种更缓和地加入干燥室中，不容易与壁相接触从而在壁上粘附干燥过
的物质的趋势下降。

试验所用的干燥器有一个喷雾干燥室，该室上半部是一个直径
1.8m、高 4.3m 的圆柱体段和下半部是一个高 2.1m 锥角为 70° 圆锥
25 体段。被加热的空气和液体进料从干燥室的顶部加入，而空气和干燥
的产品通过在底部上直径为 300mm 的管道排出。干燥过的产品进料
到旋风分离器并在装袋室中进行收集。

如上述急骤干燥试验一样，通过将 MON 8750 溶于水中制备草昔
膦铵溶液，作为用于试验这个体系的进料液体。制备 50 重量%的草昔
膦铵溶液用于一个试验，而对其它试验，则使用含有超过其溶解度极
30 限的草昔膦铵的含水浆料。这些浆料含有 60% 或 70% 的总“固体”，
即包括溶解的草昔膦铵。

在单独的试验中液体进料分别预热到 32°C、66°C 和 74°C。空气

温度为约 255°C。进料速度设置在 182kg/h。我们发现 70% 的草昔膦铵料浆太粘而不能有效的进料，而 50% 的草昔膦铵溶液在用作进料时，导致在干燥室壁上快速积累一层难于除去的玻璃状物质。我们认为在进料中缺乏固体粒状物阻止了草甘膦铵的快速结晶化，导致生成玻璃状沉淀。

相反，60% 的草昔膦铵料浆，预加热到 32°C 或 66°C，获得有效的喷雾干燥。产率分别为 90% 和 77%。在壁上观察到一些白色粉末状物质的积累，特别是在下半部圆锥体段靠近排出口的地方，但是这不足以损害喷雾干燥操作。

粉末状产品的含水量为 1.4-1.7 重量%。

在使用 60% 料浆在 66°C 的重复试验中，排出口被松散和易碎的物质堵塞，系统在 40 分钟以后关闭。

实施例 3

此对比方法的实施例包括在一个喷雾干燥器 (APV Anhydro, Copenhagen, Denmark) 中的干燥。

在 APV 试验的喷雾干燥器有一个离心雾化器和内置的气帚用来降低喷雾干燥室壁和底部的温度并清扫之。干燥室是圆柱形的，直径 3.0m，高 3.0m，平底。液体进料和空气从顶部进入，干燥过的产品从底部排出。产品进料到旋风分离器并在装袋室中进行收集。

所有 APV 喷雾干燥器试验的液体进料都是 60% 的草昔膦铵浆料，制备方法和上面实施例 2 中一样。

不论进料速度、空气温度和吹向气帚的空气如何，在 APV 喷雾干燥器中干燥的产品都不能排出。结论为这种设备不适合于干燥草甘膦铵。

实施例 4

此对比方法的实施例包含括一个流化床干燥器 (APV Anhydro, Copenhagen, Denmark) 中的干燥。

用于这些试验的干燥器有一个喷雾干燥室，该室上半部是一个直径 1.5m、高 1.5m 的圆柱体段和下部是一个高 0.9m 的圆锥体段，直接出料到下面的流化床上。出料从流化床经一个旋转的锁气室从底部

排出。物质从流化床被进料到旋风分离器中，从这里细颗粒被循环至干燥室的圆锥体段。

如先前的实施例，相同使用 60% 草昔膦铵料浆。在喷雾干燥室中空气入口温度为 215°C 而在流化床中为 100°C。约 30kg 草昔膦铵粉末被加入到流化床中来启动系统。

由于在干燥室的圆锥体段聚集和搭桥，干燥过的产品不能从喷雾干燥室出料至流化床。我们认为设计的改进可能减轻这个问题；但是，根据所有进行的试验，可以得出结论，喷雾干燥在以生产规模将草昔膦铵溶液或料浆制成干粉末时不是最适宜的方法。

10

实施例 5

这个举例说明本发明的实施例包括使用一个 6 英寸 x 6 英寸 (150 mm x 150 mm) Buflovak™ 空气双转鼓式干燥器 (Blaw Knox Corp., Buffalo, NY) 的接触干燥。

15

在 24 英寸 x 24 英寸 (600 mm x 600 mm) Buflovak™ 空气双转鼓式干燥器中干燥草昔膦铵以前，使用一个 6 英寸 x 6 英寸 (150 mm x 150 mm) 的实验室模型进行了可行性研究。尺寸（例如 6 英寸 x 6 英寸）与每一个转鼓的直径和长度有关。6 英寸 x 6 英寸的实验室模型的转鼓总表面积为约 1.57 平方英尺 (0.145m^2)，这大约为 24 英寸 x 20 英寸模型的转鼓表面积，即约 25 平方英尺 (2.31m^2) 的 6.3%。

20

对于可行性研究，通过在水中溶解 MON 8750 制备了 49 重量% 的草昔膦铵溶液。当在 50°C 向转鼓干燥器中进料时，溶液被成功地干燥成含水量为 1.2% 的薄片。计算的生产速率为 $10.6\text{kg/m}^2/\text{h}$ 。

25

实施例 6

这个举例说明本发明的实施例包括用一个 24 英寸 x 24 英寸 (600 mm x 600 mm) Buflovak™ 空气双转鼓式干燥器 (Blaw Knox Corp., Buffalo, NY) 的接触干燥。

30

为进行这个系列的试验，通过在水中溶解 MON 8750 制备了 59-60 重量% 的草昔膦铵溶液。约 2-5% 的草昔膦铵没有溶解。料浆使用钟摆式进料系统在 74°C 加入到 24 英寸 x 24 英寸双转鼓式干燥器中。

两个转鼓都使用过热蒸气在内部加热，初始压力为

95psig(656kPa), 起始转速为 3rpm. 在运行约 10-15 分钟后, 生产出了具有良好外观的干草昔膦铵薄片, 其含水量为 1.1%, 生产速率为 28.5 kg/m²/h.

下表中列出了这个和其它实验的数据, 每一次实验均约 10-15 分钟, 其中改变了不同的参数.

实验号	1	2	3	4	5
进料中的草昔膦铵(%)	59	59	59	60	51 ¹
进料温度, ℃	74	69	64	88 ²	56
蒸汽压力, kPa	656	676	676	869	856
转鼓转速, rpm	3.0	4.5	6.0	5.0	3.5
在辊隙的转鼓间距, mm	4.6	4.3	4.3	4.4	4.6
生产速率, kg/m ² /h	28.5	43.6	35.4	42.4	30.1
产品含水量(%)	1.1	0.6	0.9	0.7 ³	0.7

¹在这个降低的草昔膦铵浓度下, 进料是透明的溶液

²在这个高温下, 进料是透明的溶液

³三个样品的平均值, 其含水量为 0.5-0.9%

在这个试验系列中最佳条件是 59-60%的草昔膦铵料浆和约 4.5-5rpm 的转鼓转速. 因此使用 60%的料浆在进料温度 66℃、蒸汽压力 662kPa 和转速 4.5rpm 下进行了一个较长时间的生产试验, 持续约 60 分钟. 在辊隙处转鼓间距稍变窄至 3.0mm. 这个试验非常成功, 在生产速率为 39.5 kg/m²/h 时获得平均含水量约 0.8%的产品.

实施例 7

本发明方法的这个实施例包括用一个 24 英寸 x 24 英寸 (600 mm x 600 mm) Buflovak™ 空气双转鼓式干燥器 (Blaw Knox Corp., Buffalo, NY) 的接触干燥.

用于这个系列试验的草昔膦铵进料通过下列步骤制备, 制备草昔膦湿块的含水料浆并且用氨水按化学计量中和, 获得 58 重量%的草昔膦铵的溶液或料浆. 对于一些试验这种进料可以用水稍微稀释.

试验操作和实施例 6 中的一样, 用 24 英寸 x 24 英寸转鼓干燥器

进行。数据列在下表中。

实验号	1	2	3	4	5	6	7	8
实验时间(分钟)	15	60	292	15	60	60	175	53
进料中的草甘膦铵(%)	58	58	58	54	54	54	56	56
进料温度, °C	96	96	84	63	63	63	82	83
蒸汽压力, kPa	662	718	745	759	704	718	828	828
转鼓转速, rpm	4.3	4.5	4.5	4.3	4.3	4.0	4.0	3.0
辊隙的转鼓间距, mm	3.3	4.3	4.0	3.3	3.0	3.0	3.0	7.3
生产速率, kg/m ² /h	34.0	38.6	38.8	32.6	31.9	30.5	35.4	43.2
产品含水量(%)	1.8	1.2	1.4	1.6	1.4	1.4	0.9	2.0

实施例 8

本发明方法的这个实施例包括用一个 24 英寸 x 24 英寸 (600 mm x 600 mm) Buflovak™ 空气双转鼓式干燥器 (Blaw Knox Corp., Buffalo, NY) 的接触干燥。

用于这个系列试验的草昔膦铵进料的制备方法和用于实施例 7 中的一样，但是降低了浓度并且在三个中和标准中和：化学计量（即 100% 用氨中和），102% 和 104%。

试验操作如实施例 6 和例 7 中一样，使用 24 英寸 x 24 英寸转鼓式干燥器进行。数据列在下表中 (n. r. = 未记录)。

实验号	1	2	3	4	5	6	7
实验时间(分钟)	30	20	15	15	15	15	20
进料中的草甘膦铵(%)	45	45	45	45	45	45	45
中和度, %	100	100	100	102	102	102	102
进料温度, °C	82	83	82	97	n.r.	84	81
蒸汽压力, kPa	518	690	814	414	518	690	828
转鼓转速, rpm	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
辊隙的转鼓间距, mm	2.7	5.2	6.7	3.0	3.0	3.3	3.6
生产速率, kg/m ² /h	31.6	47.7	52.1	23.6	37.7	38.5	42.0
产品含水量(%)	2.1	1.8	1.3	3.4	2.0	1.2	1.0

实验号	8	9	10	11	12	13	14	15
实验时间(分钟)	10	10	10	10	10	20	70	78
进料中的草甘膦铵(%)	45	45	45	45	45	45	45	45
中和度, %	104	104	104	104	104	104	104	102
进料温度, °C	80	89	88	86	86	80	83	82
蒸汽压力, kPa	414	414	518	690	807	821	690	690
转鼓转速, rpm	3.0	5.0	5.0	5.0	5.0	3.0	5.0	5.0
辊隙的转鼓间距, mm	3.3	3.3	3.6	3.3	5.2	5.5	3.3	3.3
生产速率, kg/m ² /h	19.5	26.5	34.2	33.6	30.1	35.7	34.0	37.8
产品含水量(%)	2.0	2.3	1.4	0.9	0.9	0.5	1.4	1.1

实施例 9

本发明方法的这个实施例包括使用一个 24 英寸 x 24 英寸(600 mm x 600 mm) Buflovak™ 空气双转鼓式干燥器 (Blaw Knox Corp. , Buffalo, NY) 的接触干燥。

用于这个系列试验的草昔膦铵进料通过下列步骤制备，制备草昔膦湿块的含水料浆并且用氨水按化学计量比中和，获得不同浓度的草昔膦铵的溶液或料浆。

试验操作如实施例 6-8 中一样，使用 24 英寸 x 24 英寸转鼓式干燥器进行。数据列在下表中 (n. r. = 未记录) 。

实验号	1	2	3	4	5	6
实验时间(分钟)	104	99	140	134	140	129
进料中的草甘膦铵(%)	53	n.r.	47	59-64	57	59
进料温度, °C	77	82	74	81	79	79
蒸汽压力, kPa	814	821	814	828	828	828
转鼓转速, rpm	4.0	5.0	4.0	4.0	4.0	4.0
辊隙的转鼓间距, mm	4.9	5.5	5.5	5.5	4.6-7.0	5.5
生产速率, kg/m ² /h	47.7	54.8	45.4	45.7	46.2	52.1
产品含水量(%)	1.6	1.3	1.5	1.2	1.6	1.2

根据描述在实施例 5-9 中的试验，显然转鼓式干燥是用于浓草昔膦铵溶液的可接受的干燥方法，该草昔膦溶液是通过将草甘膦与氨在

含水料浆中反应制备的。筒型干燥方法的进一步最佳化可以由本领域的技术人员容易地进行。

以上对本发明特定实施方案的描述并不意味着是本发明每一个可能的实施方案的穷举。本领域的技术人员将认识到，对在这里描述的具体实施方案进行的改进仍在本发明的领域内。

说 明 书 附 图

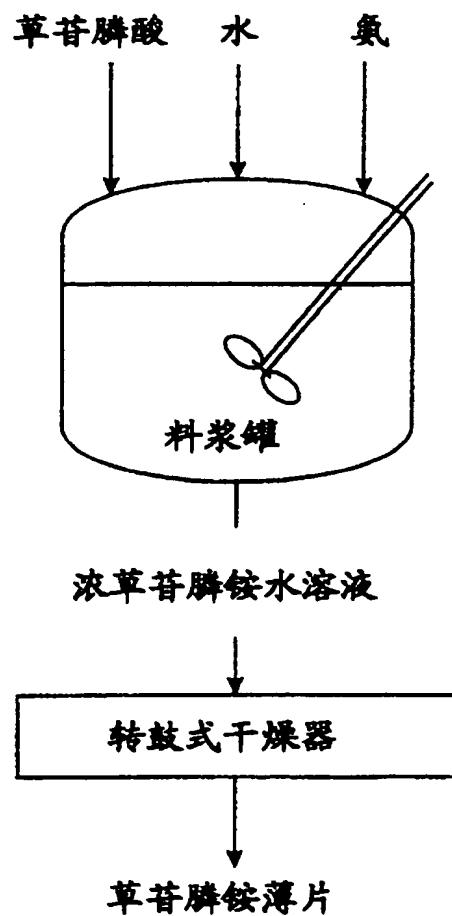


图 1